

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 05 JAN 2004

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 53 447.0

**Anmeldetag:** 16. November 2002

**Anmelder/Inhaber:** Degussa AG, Düsseldorf/DE

**Bezeichnung:** Wässrige, kolloidale Gasrußsuspension

**IPC:** C 09 C, C 09 D

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 10. April 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

Ebert

**Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension**

Die Erfindung betrifft eine wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension, ein Verfahren zu deren Herstellung sowie  
5 deren Verwendung.

Es ist bekannt, wäßrige, kolloidale Rußsuspensionen zur Herstellung von Lacken, Druckfarben oder auch direkt als Tinten, zum Beispiel bei Tintenstrahldruckern (Ink-Jet), zu verwenden (US-A 5,085,698, US-A 5,320,668).

10 Weiterhin ist bekannt, Rußsuspensionen unter Verwendung von Farbstoffen, die gleichzeitig als Netzmittel wirken, ohne Zugabe von weiteren Netzmitteln herzustellen (US 9,911,935).

15 Ferner ist bekannt, wäßrige Rußsuspensionen unter Verwendung von wasserlöslichen Netzmitteln, beispielsweise Acrylharzen (US-A 5,609,671) oder Ethoxylaten (DE 19824947 A1), herzustellen.

20 Nachteile der bekannten netzmittelstabilisierten Rußsuspensionen sind, bei Verwendung von nichtionogenen Tensiden, das zu hohe Zetapotential und die niedrige Oberflächenspannung und, bei Verwendung von anionischen Tensiden, die zu starke Benetzung des Papiers auf Grund der starken Wechselwirkungen mit der ebenfalls anionischen Papierbeschichtung, was zu niedrigen optischen Dichten  
25 führt.

Nachteile der bekannten farbstoffstabilisierten Rußsuspensionen sind die unzureichende Lager- und Gefrierstabilität. Dies führt bei längeren Standzeiten der Dispersionen oder bei Lagertemperaturen von mehr als 50 °C  
30 beziehungsweise weniger als 0 °C zu einem starken und irreversiblen Anstieg der Viskosität, zur Reagglomeration der suspendierten Pigmentteilchen oder zur völligen

Flokkulation der Suspension. Weiterhin ist bei Verwendung von Furnacerußen eine relativ geringe optische Dichte zu beobachten, die ebenfalls einen erheblichen anwendungstechnischen Nachteil darstellt.

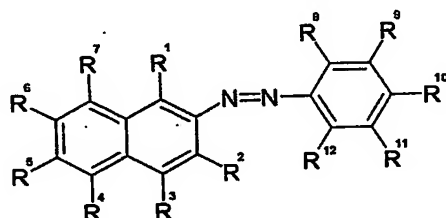
5 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine wäßrige Gasrußsuspension zur Verfügung zu stellen, die hohe optische Dichten auf Trägermaterialien, wie beispielsweise Papier, ein niedriges Zetapotential und eine hohe Oberflächenspannung aufweist.

10 Gegenstand der Erfindung ist eine wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass diese

einen Gasruß,

eine Azoverbindung der allgemeinen Formel 1,

15



(1)

20

wobei  $R^1 - R^{12}$  gleich oder verschieden sein können und aus Wasserstoff, hydrophilen oder hydrophoben Gruppen, Akzeptor- oder Donatorsubstituenten oder Teilen von aliphatischen, aromatischen oder heteroaromatischen, acyclischen, cyclischen oder mehrfach cyclischen Systemen mit Akzeptor-, Donator-, hydrophilen oder hydrophoben Gruppen bestehen,

25

und Wasser enthält.

30

Kolloidal bedeutet die gleichmäßige Verteilung von Teilchen mit Durchmesser von 10 nm - 10 µm in einem Suspensionsmittel.

Für die Verwendung in Tinten ist eine niedrige Viskosität je nach Druckverfahren vorteilhaft, um die gewünschten

Druckeigenschaften, beispielsweise Druckschärfe, zu erhalten. Ein niedriges Zetapotential, das den Ladungszustand der Teilchen in der Rußsuspension beschreibt, ist eine Meßgröße für die gute  
5 Suspensionsstabilität. Eine hohe Oberflächenspannung beeinflusst, beispielsweise beim Inkjet-Verfahren positiv die Tröpfchenbildung. Ein hoher Dispergiergrad ist von wesentlicher Bedeutung für eine gute Lagerstabilität, für gute koloristische Eigenschaften in der Anwendung und zur  
10 Verhinderung von Düsenverstopfungen speziell beim Inkjet-Verfahren.

Der Gasruß kann einen Flüchtigenanteil (950°C) von < 21 Gew.-%, bevorzugt < 6 Gew.-%, aufweisen. Der Gasruß kann eine BET-Oberfläche von 80 bis 350 m<sup>2</sup> / g aufweisen. Der  
15 Gasruß kann eine Primärteilchengröße von 8 bis 40 nm, bevorzugt von 13 bis 30 nm, insbesondere bevorzugt von 13 - 20 nm, aufweisen. Der Gasruß kann eine DBP-Zahl von 40 bis 200 ml / 100 g aufweisen.

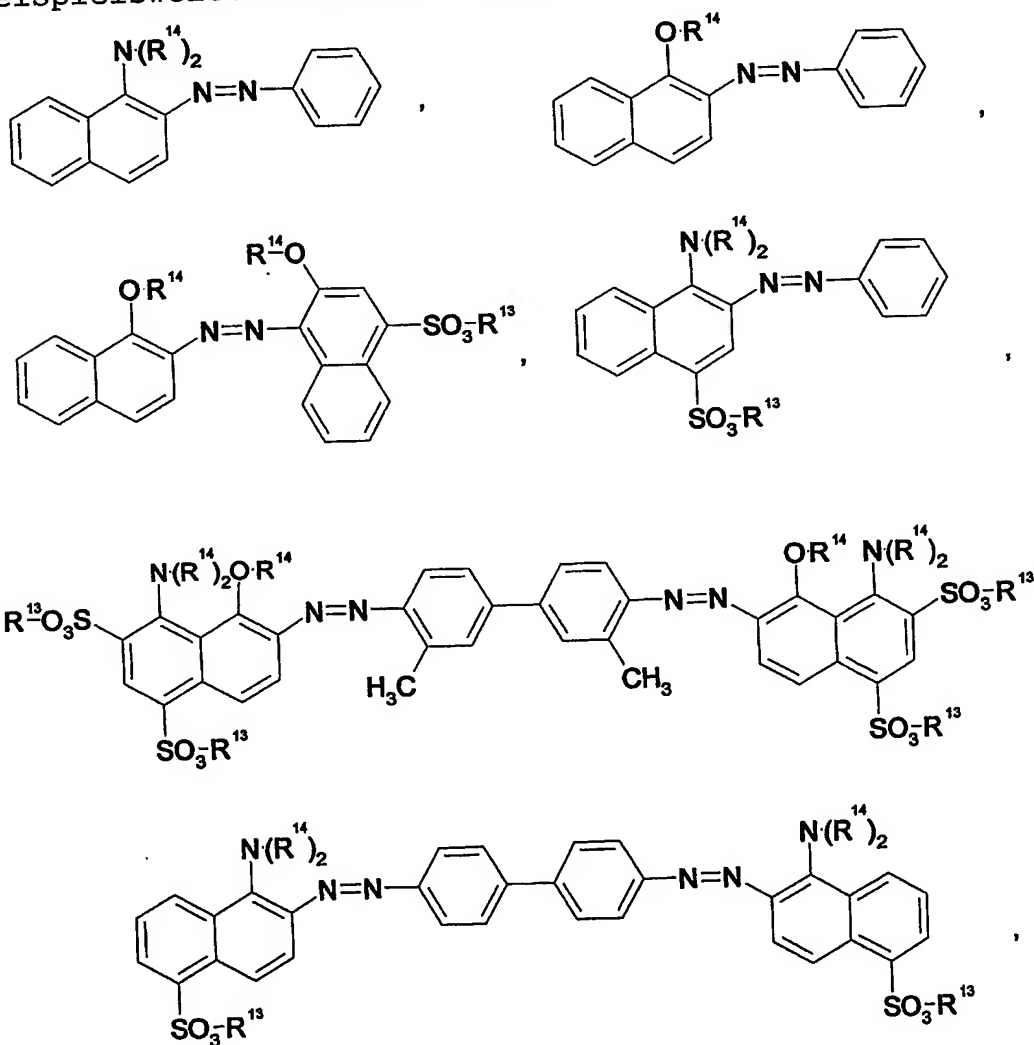
Der Gasruß kann auch eine Mischung von verschiedenen  
20 Gasrußen sein.

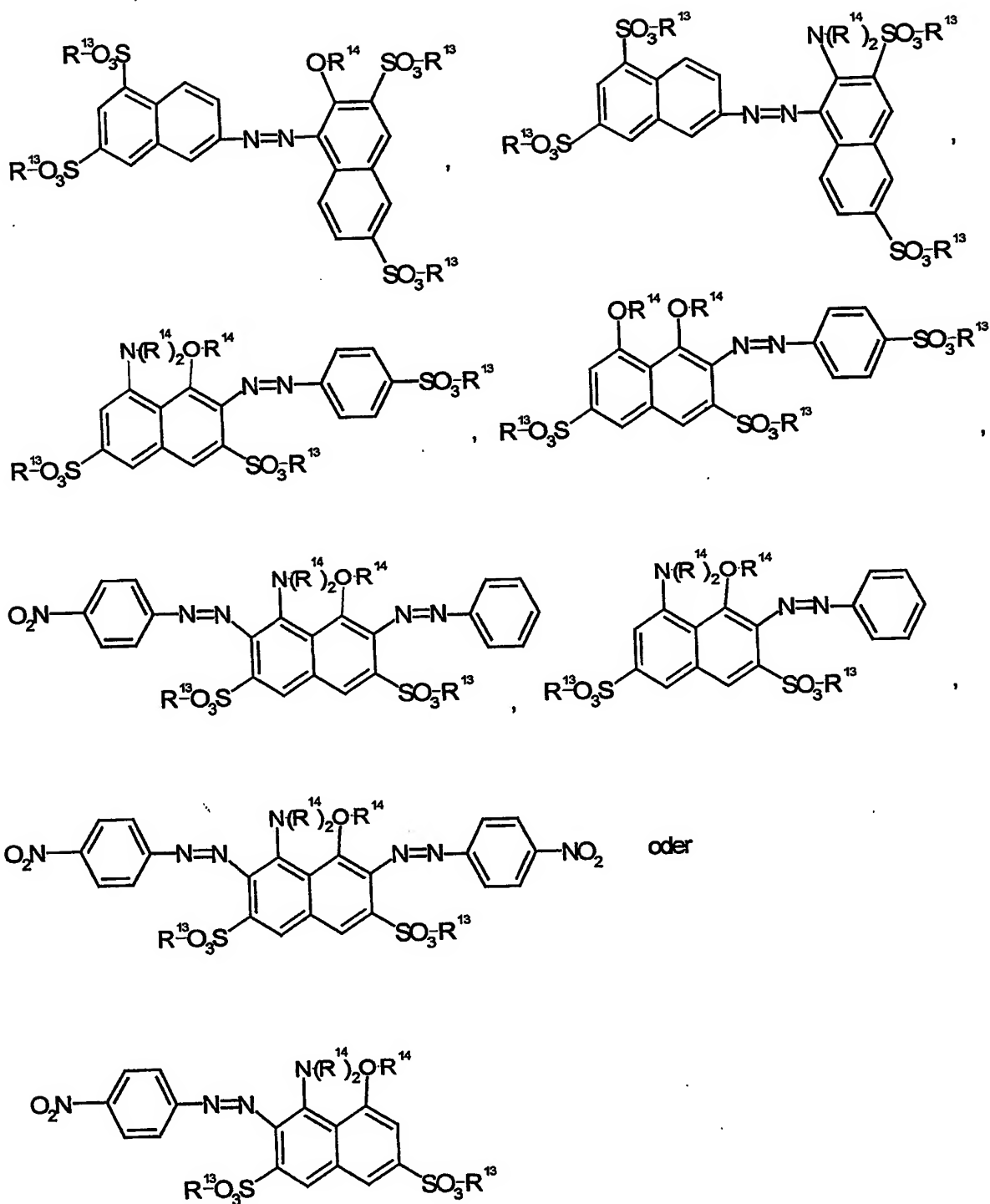
Als Gasruße können beispielsweise Farbruß FW 200, Farbruß FW 2, Farbruß FW 2 V, Farbruß FW 1, Farbruß FW 18, Farbruß S 170, Farbruß S 160, Spezialschwarz 6, Spezialschwarz 5, Spezialschwarz 4, Spezialschwarz 4A, NIPex 150, NIPex 160  
25 IQ, NIPex 170 IQ, NIPex 180 IQ, Printex U, Printex V, Printex 140 U oder Printex 140 V der Firma Degussa AG verwendet werden.

Der Gasrußanteil in der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Rußsuspension kann unter 30 Gew.-%, bevorzugt  
30 unter 20 Gew.-%, sein.

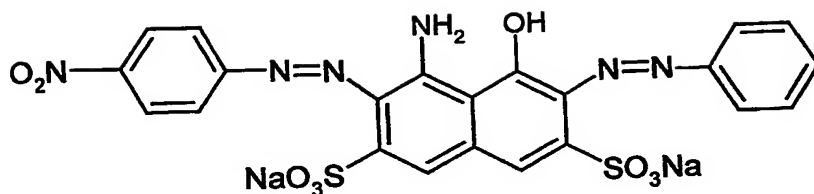
Die Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 kann die allgemeine Formel 1 ein- oder mehrfach in der Azoverbindung enthalten. Die Substituenten R<sup>1</sup> - R<sup>12</sup> können unsubstituierte

- oder substituierte, aliphatische oder aromatische Substituenten, wie Phenyl-, Naphthyl-, oder heteroaromatische Substituenten, wie beispielsweise Pyrrolyl-, Pyridinyl-, Furyl- oder Puryl-,
- 5 Akzeptorsubstituenten, wie  $-\text{COOR}^{13}$ ,  $-\text{CO-R}^{13}$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{SO}_2\text{R}^{13}$  oder  $-\text{SO}_2\text{OR}^{13}$  mit  $\text{R}^{13} = \text{H}$ , Alkalimetallkation, Ammonium, Alkyl, Aryl oder funktionalisiertes Alkyl oder Aryl, wie beispielsweise  $\omega$ -Carboxyalkyl,  $\text{HSO}_3-\text{C}_x\text{H}_y-$ ,  $\text{H}_2\text{N}-\text{C}_x\text{H}_y-$ ,  $\text{H}_2\text{N}-\text{SO}_2-\text{C}_x\text{H}_y-$  ( $x = 1-20$ ;  $y = 1-45$ ), Donatorsubstituenten, wie
- 10 Alkyl-, Arylgruppen,  $\text{OR}^{14}$ ,  $\text{N}(\text{R}^{14})_2$ ,  $\text{SR}^{14}$  oder  $\text{P}(\text{R}^{14})_2$  mit  $\text{R}^{14} = \text{H}$ , Alkyl, Aryl oder funktionalisiertes Alkyl oder Aryl, Oligomere oder Polymere der Form  $-(\text{O-R}^{14})_y-\text{OR}^{15}$  mit  $\text{R}^{15} = \text{H}$ , Alkyl oder Aryl sein.
- Als Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 können
- 15 beispielsweise verwendet werden

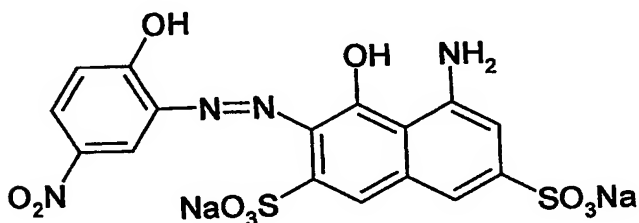




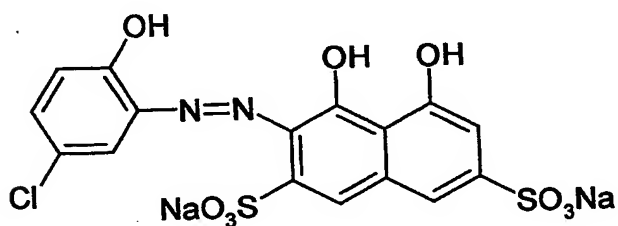
Als Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 können beispielsweise verwendet werden Acid Black 1 (C.I. 20470),



5 Mordant Green 17 (C.I. 17225) oder



10 Mordant Blue 13 (C.I. 16680).



15 Der Anteil der Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 in der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Rußsuspension kann unter 5 Gew.-%, bevorzugt unter 3 Gew.-%, sein.

Die erfindungsgemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension kann Biozide, Netzmittel und / oder Additive enthalten.

20 Die erfindungsgemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension kann ein Biozid enthalten. Das Biozid kann in Mengen von 0,01 -1,0 Gew.-% zugesetzt werden. Als Biozid können Isothiazolinon-Derivate, Formaldehydabspalter oder Kombinationsprodukte beider Produktklassen verwendet werden. Beispielsweise können als Biozid Parmetol der Firma

25 Schülke & Mayr, Ebotec der Firma Bode Chemie, Acticide der

Firma Thor Chemie oder Proxel der Firma Zeneca eingesetzt werden.

- Weiterhin können Netzmittel in Mengen von 0 - 1 Gew.-%, vorzugsweise von 0,4 - 0,6 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtsuspension, zugesetzt werden. Als Netzmittel können Verbindungsklassen, wie Fettalkoholethoxylate, Polyacrylsäure oder/und deren Derivate, Copolymere enthaltend Acrylsäure, Aceylsäurederivate, Styrole, Styrolerivate und/oder Polyether, Ligninsulfonate, Alkylbenzolsulfonate, Naphthalinsulfonsäurederivate, Copolymere enthaltend Maleinsäureanhydrid und/oder Maleinsäurederivate oder Kombinationen aus den genannten Netzmitteln eingesetzt werden. Die Copolymere können statistische oder alternierende Block- oder Pfropfcopolymere sein. Beispielsweise kann als dispergierunterstützendes Additiv Joncryl 678, Joncryl 680, Joncryl 682 oder Joncryl 690 der Firma Johnson Polymer B.V. verwendet werden.

- In einer bevorzugten Ausführungsform können als dispergierunterstützendes Additiv vollständig Ammonium- oder Alkalihydroxid -neutralisierte Formen, insbesondere NaOH neutralisierte Formen, der Styrol-Acrylsäure Copolymere verwendet werden.

- Andere Typen von Netzmitteln eignen sich ebenfalls zur Herstellung der erfindungsgemäßen Rußsuspension.

- Des weiteren können Additive, wie Alkohole, beispielsweise 1,5-Pentandiol, Glykole, wie Dipropylenglykol, Heterozyklen, wie 2-Pyrrolidon, oder Glyzerin, der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension zugesetzt werden.

Der Anteil der Additive in der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension kann unter 25 Gew.-%, bevorzugt unter 15 Gew.-%, sein.



Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man den Gasruß und die Azoverbindung der allgemeinen Formel  
5 1 in Wasser dispergiert.

Die Dispergierung kann man mit Perlmühlen, Ultraschall-Geräten, Hochdruckhomogenisatoren, Microfluidizer, Ultra-Turrax oder vergleichbaren Aggregaten durchführen. Im Anschluß an die Dispergierung kann die wäßrige, kolloidale  
10 Gasrußsuspension durch Zentrifugieren und/oder Filtrieren gereinigt werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension in Tinten, Ink Jet Tinten, Lacken und  
15 Druckfarben.

Ein weiterer Gegenstand dieser Erfindung ist eine Tinte, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß diese die erfindungsgemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension enthält.

20 Die Vorteile der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspensionen sind die hohen optische Dichten, das niedrige Zeta-Potential, die hohe Oberflächenspannung, die guten Lagerstabilitäten und ein hoher Dispergiergrad.

Beispiele:

25 Herstellung der Rußsuspensionen:

1. Vorbereitung der Suspensionsherstellung

Alle Bestandteile außer Ruß werden in einem Behälter vorgelegt und unter Rühren homogenisiert.

Der Ruß wird in die Lösung unter langsamen Rühren (entweder  
30 von Hand oder mit langsamen Rührwerk) nach und nach eingearbeitet.

## 2. Dispergierung

Die in Punkt 1 vorbereitete Suspension wird mit dem Ultraschall - Gerät dispergiert. In der Zentrifuge können sehr grobe Teilchen von der so erhaltenen Suspension  
5 abgetrennt werden.

In Tabelle 1 sind die Zusammensetzungen und Eigenschaften von Referenzsuspensionen und der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension 1 dargestellt.

Tabelle 1:

		Referenz- suspen- sion	Referenz- suspen- sion	Referenz- suspen- sion	erfindungs- gemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsus- pension
		1	2	3	1
NIPex 160 IQ	%	---	---	---	15
NIPex 90	%	15	15	15	---
Acid Black 1	%	1,2	2	3	1,2
Acticide MBS	%	0,3	0,3	0,3	0,3
deionisiertes Wasser	%	83,5	82,7	81,7	83,5
Suspensionskonsistenz		fest	fest	flüssig	flüssig
Dispergiergrad lichtmikroskopisch		n.a.	n.a.	schlecht	sehr gut
Lagerstabilität 50 °C über 28 Tage		n.a.	n.a.	Sediment	sehr gut
Optische Dichte einer Ink Jet Tinte		n.a.	n.a.	n.a.	1,5
6 µm Draw Downs auf Data Copy Papier					

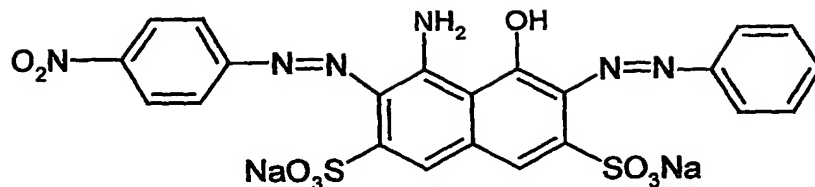
n.a. = nicht anwendbar

NIPex 90 ist ein hochstrukturierter Furnaceruß der Degussa AG mit einer Primärteilchengröße von 14 nm.

- 5 NIPex 160 IQ ist ein Gasruß der Degussa mit einer Primärteilchengröße von 20 nm.

Acticide MBS ist ein Biozid der Firma Thor Chemie.

Als Acid Black 1 wird Napthol Blue Black mit der Formel



der Firma Aldrich Chemical Company verwendet.

Die erfindungsgemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension 1 ist niedrigviskos und zeigt eine hohe optische Dichte, eine gute Lagerstabilität und einen hohen Dispergiergrad. An den drei aus Furnaceruß hergestellten Referenzsuspensionen konnte lediglich mit Referenzsuspension 3 erst durch wesentliche Erhöhung der Acid Black 1-Menge überhaupt eine fließfähige Suspension erhalten werden.

Figur 1 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der Referenzsuspension 3 und der erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension 1. Die Referenzsuspension 3 weist einen hohen Grobanteil auf, beziehungsweise ist teilweise flokuliert, und erfüllt somit nicht die Anforderungen an eine Ink Jet Tinte. Dagegen zeigt die erfindungsgemäße Gasrußsuspension 1 keine nennenswerten Grobanteil.

In Tabelle 2 sind Referenzsuspensionen mit anionischem (4) und nicht ionischem Netzmittelzusatz (5) im Vergleich zur erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension 1 dargestellt.

Tabelle 2:				
		Referenz- suspension	Referenz- suspension	erfindungs- gemäße wäßrige, kolloidale Gasruß- suspension
		4	5	1
NIPex 160 IQ	%	15	15	15
Disponil FES 32 IS	%	6	---	---
Hydropalat 3065	%	---	5	---
Acid Black 1	%	---	---	1,2
AMP 90	%	0,2	0,2	---
Acticide MBS	%	0,3	0,3	0,3
deion. Wasser	%	78,5	79,5	83,5
Zeta - Potential	mV	-15	-4	-35
Oberflächen- spannung	mN/m	38	44	71
Optische Dichte (6 µm Draw Downs auf Data Copy Papier)		1,21	0,9	1,5

Disponil FES 32 IS ist ein anionisches Netzmittel  
(Fettalkoholpolyglykoethersulfat) der Firma Cognis.

- 5 Hydropalat 3065 ist ein nichtionisches Netzmittel (Mischung  
ethoxylierter linearer Fettalkohole) der Firma Cognis.  
AMP 90 ist 2-Amino-2-methyl-1-propanol der Firma Angus  
Chemie.

- 10 Im Vergleich zur erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen  
Gasrußsuspension 1 zeigen die netzmittelstabilisierten  
Referenzsuspensionen 4 und 5, bei Verwendung von  
nichtionogenen Tensiden (5), ein zu hohes Zetapotential und  
eine niedrige Oberflächenspannung, während bei Verwendung

von anionischen Tensiden (4), auf Grund der starken Wechselwirkungen mit den ebenfalls anionischen Papierbeschichtungen, ein zu starke Benetzung des Papiers und damit ein zu niedrige optische Dichte beobachtet wird (Tabelle 2).

5

In Tabelle 3 sind die Rezepturen und Eigenschaften zweier erfindungsgemäßer wäßriger, kolloidaler Gasrußsuspensionen 2 und 3 dargestellt.

Tabelle 3:

		erfindungsgemäße, wäßrige, kolloidale Gasruß- suspension 2	erfindungsgemäße, wäßrige, kolloidale Gasruß- suspension 3
NIPex 160 IQ	%	15	15
Acid Black 1	%	1,5	1,5
IDIS @ solv.pd	%	12	---
Acticide MBS	%	0,3	0,3
dest. Wasser	%	71,2	83,2
Lichtmikroskop		1	1
Gefrierstabil		ja	nein
pH		7,7	7,5
mittlere Partikelgröße	nm	< 100	< 100
Viskosität RT	mPas	4,6	3,7
Oberflächen- spannung	mN/m	68	74
Zeta-Potential	mV	- 35	n.b.
Lagerstabilität. 50 °C/7 Tage	mPas	16*	< 10*
Lagerstabilität. 50 °C/14 Tage	mPas	28*	13*
Lagerstabilität. 50 °C/28 Tage	mPas	40*	22*

10 \* = keinen Bodensatz, keine Reagglomeration

IDIS @ solv.pd ist 1,3-Propandiol der Firma Degussa AG.

Lichtmikroskopische Untersuchung des Dispergiergrades:

- Der Dispergiergrad der Rußsuspensionsproben wird bei 400 facher Vergrößerung beurteilt. Anhand der Skalierung am
- 5 Mikroskop können bei dieser Einstellung Grobpartikel  $> 1 \mu\text{m}$  gut erkannt werden.

Bestimmung der Viskosität:

- Das rheologische Verhalten wird in einem Rotationsversuch mit Schergeschwindigkeitsvorgabe (CSR) mit einem Physica
- 10 Rheometer UDS 200 erfaßt. Bei einer Schergeschwindigkeit von  $1000 \text{ s}^{-1}$  wird der Viskositätswert abgelesen.

Bestimmung der mittleren Partikelgröße:

- Die Partikelgrößenverteilung wird mit einem Photonenkorrelationspektrometer (PCS), Typ Horiba LB-500,
- 15 ermittelt und als mittlere Partikelgröße der angezeigte „median - Wert“ abgelesen. Die Messung erfolgt an einer unverdünnten Suspensionsprobe.

Bestimmung der Oberflächenspannung:

- Mit dem Blasentensiometer BP2 der Firma Krüss wird die
- 20 dynamische Oberflächenspannung ermittelt. Der Endwert wird bei 3000 ms abgelesen.

Lagerstabilitätsprüfung bei  $50^\circ\text{C}$  über 28 Tage:

- Die Proben werden bei  $50^\circ\text{C}$  im Trockenschrank für 28 Tage gelagert. Die Viskosität und Sedimentationsneigung werden
- 25 überprüft.
- Je 300 ml Suspensionsprobe werden für 28 Tage bei  $50^\circ\text{C}$  im Trockenschrank in einer geschlossenen Glasflasche gelagert. Die Sedimentbildung am Boden wird mit einem Spatel überprüft und die Viskosität mit einem Brookfield
- 30 Viskosimeter DV II plus gemessen. Zusätzlich wird die Sedimentbildung an einigen Proben bei Lagerung bei Raumtemperatur untersucht.

Gefrierstabilitätsprüfung:

Die Proben werden eingefroren bei  $-25^{\circ}\text{C}$  und nach dem Auftauen der Dispergiergrad mittels Lichtmikroskop überprüft.

- 5 Eine Probe wird als gefrierstabil beurteilt, wenn die eingefrorene Probe nach Auftauen wieder eine dünnflüssige Konsistenz hat, kein Sediment bildet und unter dem Lichtmikroskop keine Reagglomerationen sichtbar sind.

Bestimmung des pH - Wertes:

- 10 Der pH - Wert wird an der unverdünnten Suspension unter Verwendung des pH-Meters CG 837 der Firma Schott bestimmt. Dazu wird die Glaselektrode in die Lösung getaucht und nach fünf Minuten der temperaturkorrigierte pH-Wert abgelesen.

15 Bestimmung des Zetapotentials:

Das Zetapotential wird mit einem MBS-8000 der Fa. Matec bestimmt. Die Proben werden unverdünnt gemessen. Das Zetapotential wird mittels der elektrokinetischen Schallamplitude (ESA) bestimmt.

20 Lichtmikroskop:

Der Dispergiergrad der Suspensionsproben wird bei 400 facher Vergrößerung beurteilt. Anhand der Skalierung am Lichtmikroskop können bei dieser Einstellung Grobpartikel  $> 1 \mu\text{m}$  gut erkannt werden.

25 Bewertungsskala:

Note 1: sehr gut; keine Grobanteile  $> 1 \mu\text{m}$ ,  
Note 2: befriedigend; sehr wenige Grobanteile  $> 1 \mu\text{m}$ ,  
Note 3: schlecht; viele Grobpartikel  $> 1 \mu\text{m}$ .

- 30 Die erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspensionen 2 und 3 erfüllen alle Anforderungen an eine optimale Suspension.



Aus den erfindungsgemäßen Gasrußsuspensionen werden mit 2-Pyrrolidon, 1,2-Hexandiol, 1,3 Propandiol, ethox. Glyzerin, Dimethylaminoethanol und deionisiertem Wasser Tinten mit  
5 4,5 % Rußanteil hergestellt. Dazu wird die Vormischung an Tintenadditiven vorgelegt und unter Rühren die Rußsuspension vorsichtig zugegeben. Die fertige Tinte wird mit einer Filterfeinheit von 500 nm filtriert. Danach werden 6 µm - Draw Downs mit dem Aufstrichgerät K Control  
10 Coater auf Kopierpapier (Typ: Kompass Copy Office) hergestellt und nach 24 h die optische Dichte mit einem Densitometer bestimmt.

Die Druckversuche werden mit einem Canon Office Drucker BJC-S750 bzw. einem HP Office Drucker 970 Cxi durchgeführt.  
15 Dazu wird die Tinte vorab unter Vakuum entlüftet und in eine gereinigte Original - Druckerpatrone eingefüllt.

Folgende Drucktests werden durchgeführt:

a. Druck einer Seite auf Kopierpapier und auf verschiedenen, marktüblichen Ink Jet Papieren zur  
20 Bestimmung der optischen Dichte und visuellen Beurteilung der Druckqualität.

b. Refire-Tests nach 1, 3 und 7 Tagen Druckpause zur Beurteilung des Anschreib - beziehungsweise Antrocknungsverhaltens der Tinte.

25 In Tabelle 4 sind die Druckergebnisse zusammengestellt.

Die erfindungsgemäßen Tinten zeichnen sich durch sehr gute Verdruckbarkeit, hohe optische Dichten und sehr gute Lagerstabilität aus.

Tabelle 4:

Tintenrezepturnummer	1	2
Rußkonzentration [%]	4,5	4,5
Tintenrezeptur [%] erfindungsgemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension 2	30,0	---
erfindungsgemäße wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension 3	---	30,0
2-Pyrrolidon	12,0	12,0
Liponic EG-07 (ethoxyliertes Glyzerin)	3,0	1,5
IDIS@solv.pd (1,3 Propandiol)	---	1,5
IDIS@solv.hd (1,2 Hexandiol)	1,5	1,5
deion. Wasser	Rest	Rest
Dimethylaminoethanol	0,02	0,02
Lichtmikroskop	1	1
pH-Wert	8,9	8,9
Viskosität [mPas]	2,5	2,2
Oberflächenspannung [mN/m]	51	47
DRUCKVERSUCHE		
Verwendeter Office Drucker	HP Deskjet 970 Cxi	Canon BJC S750
optische Dichte (OD) auf Kompass Copy Office	1,59	1,50
OD auf Inkjet Papier HP 51634 Z	1,60	1,57
OD auf Inkjet Papier CANON HR-101	1,68	1,65
OD auf Inkjet Papier EPSON 720 dpi	1,68	1,64
visueller Gesamteindruck Druckbild	1-2	1
Düsenverstopfungen	keine	keine
Antrocknungen am Druckkopf	keine	keine
REFIRE - TEST		
Andruck nach Druckpause 60 min.	+	+
Andruck nach Druckpause 1 Tag	+	+
Andruck nach Druckpause 3 Tage	+	+
Andruck nach Druckpause 7 Tage	+	+

Bemerkung:

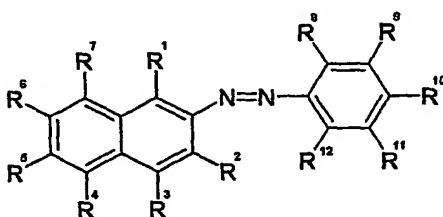
1 = sehr gut ; 2 = befriedigend; 3 = schlecht  
+ = keine Anschreibprobleme; - = Anschreibprobleme

## Patentansprüche:

1. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension, dadurch gekennzeichnet, dass diese

5 einen Gasruß,

eine Azoverbindung der allgemeinen Formel 1,



(1)

15 wobei R<sup>1</sup> - R<sup>12</sup> gleich oder verschieden sein können und aus Wasserstoff, hydrophilen oder hydrophoben Gruppen, Akzeptor- oder Donatorsubstituenten oder Teilen von aliphatischen, aromatischen oder heteroaromatischen, acyclischen, cyclischen oder mehrfach cyclischen Systemen mit Akzeptor-, Donator-, hydrophilen oder

20 hydrophoben Gruppen bestehen, und Wasser enthält.

2. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasruß einen
- 25 Fluchtigenanteil (950°C) von < 21 Gew.-%, eine BET-Oberfläche von 80 - 350 m<sup>2</sup>/g, eine Primärteilchengröße von 8 - 40 nm und eine DBP-Zahl von 40 - 200 ml/100g hat.
3. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasrußanteil < 30
- 30 Gew.-% ist.

4. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 < 5 Gew.-% ist.
- 5 5. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Azoverbindung Acid Black 1, Mordant Green 17 oder Mordant Blue 13 ist.
6. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß diese Biozide, Netzmittel und / oder Additive enthalten.
- 10 7. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Netzmittel ein Fettalkoholethoxylat, Polyacrylsäure oder/und deren Derivate, Copolymer enthaltend Acrylsäure, Aceylsäurederivate, Styrole, Styrolerivate und/oder  
15 Polyether, Ligninsulfonat, Alkylbezolsulfonat, Naphthalinsulfonsäurederivat, Copolymer enthaltend Maleinsäureanhydrid und/oder Maleinsäurederivate oder Kombinationen aus den genannten Netzmitteln ist.
- 20 8. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Netzmittelanteil zwischen 0 und 1 Gew.-% ist.
9. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Additiv ein Alkohol, Glykol, Heterozyklus oder Glyzerin ist.
- 25 10. Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Additivanteil < 25 Gew.-% ist.
- 30 11. Verfahren zur Herstellung der wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den Gasruß und die Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 in Wasser dispergiert.

12. Verfahren zur Herstellung der wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Dispergierung mit Perlmühlen, Ultraschall-Geräten, Hochdruckhomogenisatoren, Microfluidizer, Ultra-Turrax oder vergleichbaren Aggregaten durchführt.
13. Verwendung der wäßrigen, kolloidalen Gasrußsuspension nach Anspruch 1 in Tinten, Ink Jet Tinten, Lacken und Druckfarben.
14. Tinte, dadurch gekennzeichnet, daß diese die wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension nach Anspruch 1 enthält.

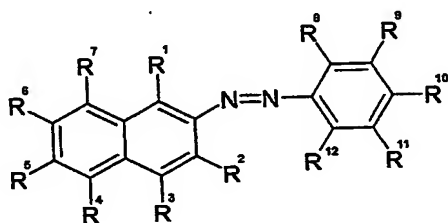
## Zusammenfassung

## Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension

5 Wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension, enthaltend

(a) einen Gasruß,

(b) eine Azoverbindung der allgemeinen Formel 1,

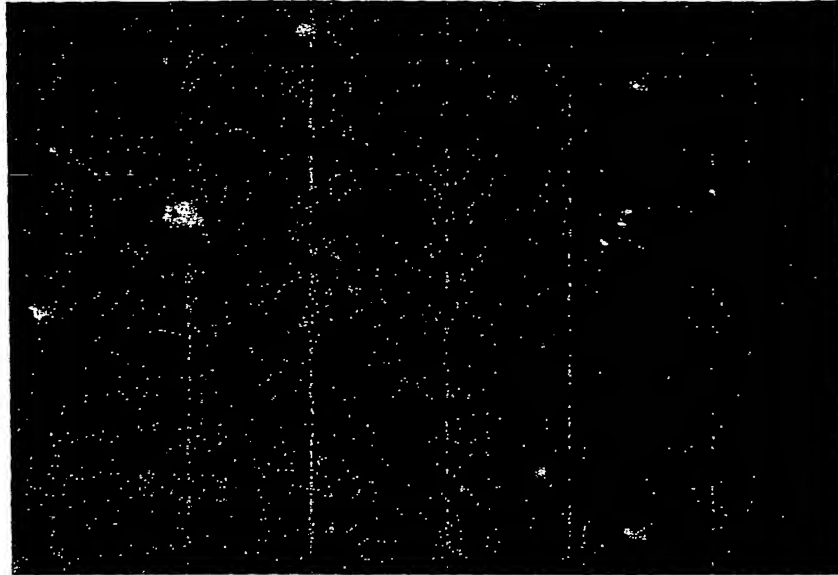


(1)

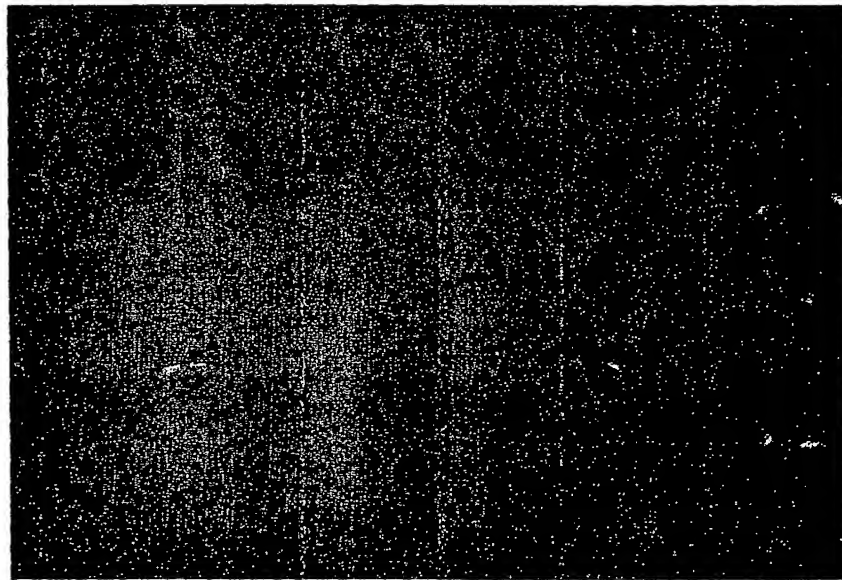
15 (C) und Wasser.

Die wäßrige, kolloidale Gasrußsuspension wird hergestellt, indem man den Gasruß und die Azoverbindung der allgemeinen Formel 1 in Wasser dispergiert.

Sie kann zur Herstellung von Tinten, Ink Jet Tinten, Lacken und Druckfarben verwendet werden.



Lichtmikroskopische Aufnahme der  
Referenzsuspension 3



Lichtmikroskopische Aufnahme der  
erfindungsgemäßen wäßrigen, kolloidalen  
Gasrußsuspension 1